

# Methoden und Möglichkeiten der historischen Werkstoffkunde

Wilk, Peter

Veröffentlicht in:  
Abhandlungen der Braunschweigischen  
Wissenschaftlichen Gesellschaft Band 60, 2008,  
S.73-95



Braunschweigische Wissenschaftliche Gesellschaft

## Methoden und Möglichkeiten der historischen Werkstoffkunde

PETER WILK

Ausgehend von aktuellen Fragestellungen und Analysemethoden soll mit diesem zusammenfassenden Überblick versucht werden, auch Nichtmaterialwissenschaftlern in Ansätzen zu zeigen, wie etwa Münzen, Prägestempel und dergleichen untersucht werden können. Wo möglich, werden Transfers in die Numismatik versucht.

Nach einer kurzen Einleitung werde ich zunächst auf einfache mikroskopische Verfahren eingehen und danach zu mikroanalytischen Methoden überleiten.

Die Härteprüfung möchte ich als quasi-zerstörungsfreies Prüfverfahren, insbesondere bei Anwendung im Mikromaßstab, vorstellen. Zerstörungsfreie Messungen sind auf jeden Fall mit der Ultraschallprüfung zu realisieren. Zum Abschluss wird an einem Beispiel gezeigt, wie mithilfe der Werkstoffkunde auch an stark beschädigten Probestücken eine Identifikation der Historie einer speziellen Probe erreichbar ist.

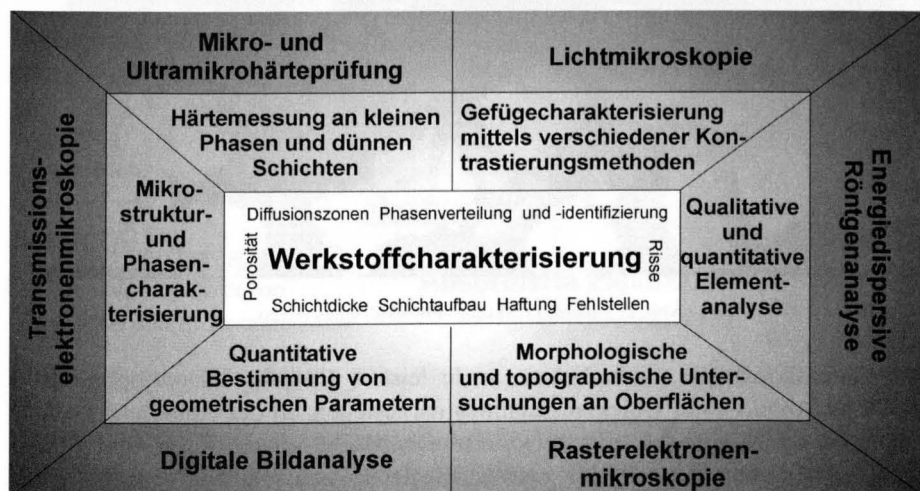


Abb. 1: Übersicht zu Verfahren der Werkstoffcharakterisierungen.

Die Abbildung 1 zeigt eine (unvollständige!) Übersicht über Methoden und Verfahren der Werkstoffprüfung. Auf der Außenseite ist jeweils ein Verfahren angegeben und auf dem inneren Ring, beispielhaft die Information, die mit dem Verfahren gewonnen werden kann. Dies bedeutet nicht, dass man etwa mit der Rasterelektro-

nenmikroskopie keine quantitative Bestimmung geometrischer Parameter vornehmen kann. Im Gegenteil soll ein Eindruck vermittelt werden, was die moderne Analytik zu leisten in der Lage ist. Auf die chemische Analytik wurde verzichtet, da die Einzigartigkeit historischer Objekte im Wesentlichen zerstörungsfreie werkstoffkundliche Verfahren erfordert. Die Schwerpunkte dieser Aufstellung sind: die Lichtmikroskopie, die Rasterelektronenmikroskopie, die Röntgenanalyse und schließlich die Mikrohärteprüfung. Die beiden letztgenannten Verfahren sind im mikroskopischen Maßstab nicht zerstörungsfrei, hinterlassen aber auf der anderen Seite lediglich „Wunden“, die mit dem menschlichen Auge nicht zu erfassen sind.

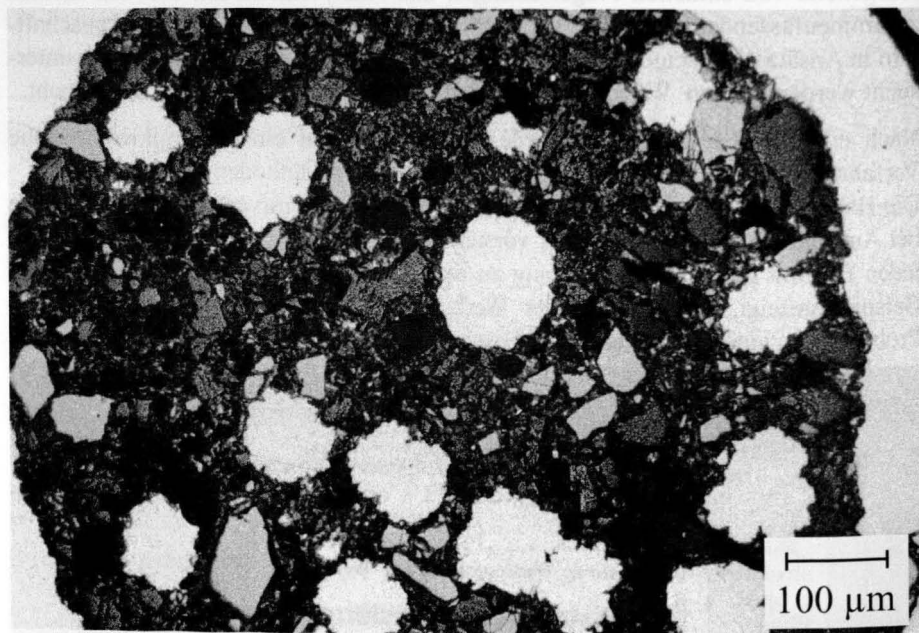


Abb. 2: Lichtmikroskopie: Physikalisches Ätzen.

Die Lichtmikroskopie (Abb. 2) kann mehr leisten, als lediglich ein optisch vergrößertes Abbild eines Objektausschnittes darzustellen. In der Abbildung ist eine durch physikalisches Ätzen manipulierte Oberfläche eines Nickel-Chrom-Bor-Silizium-Fülldrahtes, wie er für anspruchsvolle Schweißaufgaben Einsatz findet, dokumentiert. Dieser Werkstoff hat historisch sicherlich keinerlei Bedeutung, sondern soll vielmehr an einem augenfälligen Beispiel die Möglichkeiten aufzeigen, die zur Verfügung stehen. Unter physikalischem Ätzen, wie es hier beschrieben ist, versteht man das Aufdampfen sehr dünner Schichten von Eisen unter anschließender Oxidation. Dies erfolgt bei Raumtemperatur unter Vakuum und erzeugt eine Schichtdicke von deutlich unter einem Mikrometer (1 Mikrometer = 1/1.000 Millimeter), also in der Größenordnung der Wellenlänge des sichtbaren Lichts. Wird diese hauch-

dünne Eisschicht mit Sauerstoff in einer kalten Glimmentladung in Kontakt gebracht, entstehen an der Oberfläche unterschiedlich gefärbte Eisenoxide, abhängig vom jeweils unterliegenden Grundwerkstoff. So ist es leicht möglich, einen Elementkontrast optisch darzustellen. Die Farben der entstehenden Verbindungen sind charakteristisch und erlauben es dem geübten Metallografen, eine grobe Analytik hinsichtlich vorliegender Stoffe vorzunehmen. Auf dem real etwa einen Millimeter breiten Bildausschnitt sind helle Chrom-, grüne Nickel-, lila Bor- und rote Siliziumphasen sichtbar.

Weiterhin ist es durch diese Kontrastierungsmethode des Physikalischen Ätzens auch leicht möglich, Poren und Einschlüsse sichtbar zu machen (wie sie von historischen Objekten aus Stahl oder Gusseisen bekannt sind). Ohne diese Kontrastierung wäre das vorliegende Bild einheitlich metallisch grau.

Lassen Sie uns nun zum meistverwendeten und vielleicht mächtigsten Analyseverfahren der Werkstoffkunde kommen, der Elektronenmikroskopie (Abb. 3).

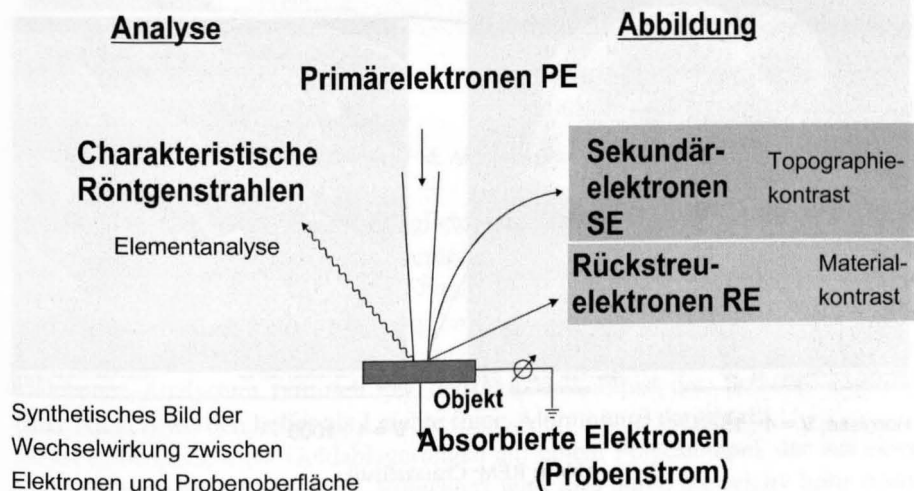


Abb. 3: Rasterelektronenmikroskopie REM.

Bei der Raster-Elektronen-Mikroskopie (REM) wird die zu untersuchende Probe mit einem fokussierten Elektronenstrahl, hier als Primärelektronen bezeichnet, beschossen. Es treten in Folge dazu sowohl Elektronen aus der Probe aus (Sekundär- und Rückstreu-Elektronen) als auch Röntgenstrahlen. Die Sekundärelektronen entstehen durch Stoßeffekte im Material und treten besonders leicht an Ecken und Kanten heraus. Damit ist ein besonders kontrastreiches Bild hinsichtlich der Topografie einer Oberfläche zu gewinnen. Die Rückstreu-elektronen verlieren in Abhängigkeit des jeweils getroffenen Elementes einen Teil ihrer Energie und spiegeln so den Materialkontrast auf der Probe wieder. Auf die charakteristischen Röntgen-

strahlen möchte ich wegen deren enormer Bedeutung erst später genauer eingehen.

Zu beachten ist, dass aufgrund der Absorption von Elektronen des Primärstrahls in der Probe eine Aufheizung der Probe erfolgt. Bei Kunststoffen kann dies zum lokalen Verdampfen führen, während es bei Metallen aufgrund deren im Allgemeinen guten Wärmeleitung nicht zu befürchten ist. Vorsicht ist auf jeden Fall bei dünnen Proben (z. B. Blattgold) geboten.

Mit der Rasterelektronenmikroskopie ist eine im Vergleich zur optischen Mikroskopie unvergleichliche Schärfentiefe möglich. Die erhaltenen Bilder sind leicht zu interpretieren, wie gleich noch augenfällig wird. Es lassen sich beliebig strukturierte Oberflächen abbilden, was dadurch erleichtert wird, dass auch Übersichtsaufnahmen ab etwa 15–20facher Vergrößerung möglich sind. Details können in bis zu etwa 20.000facher Vergrößerung eingehend untersucht werden und in Kombination mit Analysatoren ist sogar eine Elementanalyse möglich.

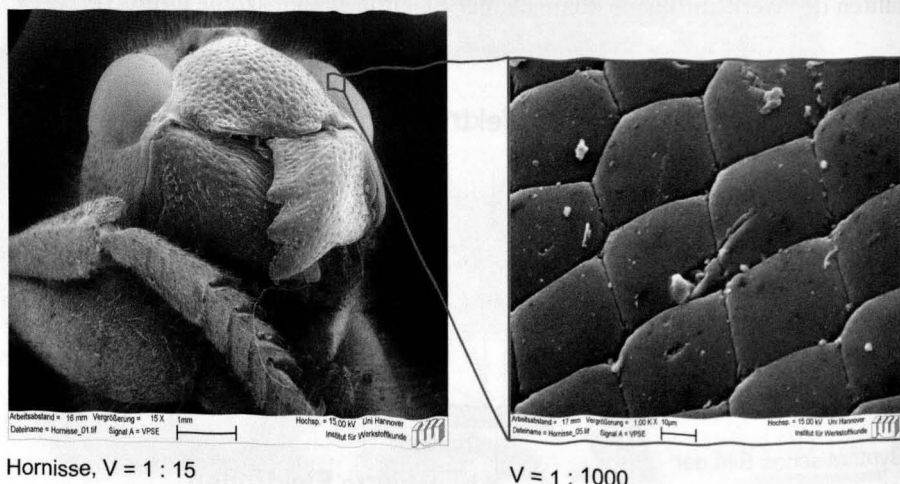


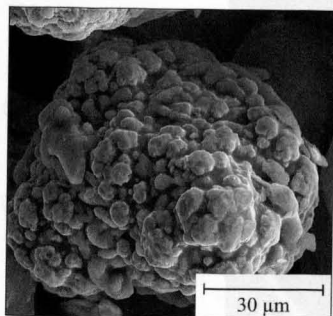
Abb. 4: REM: Charakteristika.

Dargestellt ist ein Bild (Abb. 4), das wohl in jedem REM-Labor hängt: Ein Insektenauge (die Hornisse wurde für diese Aufnahme nicht getötet, sondern außerhalb des Labors aufgefunden). In kleiner Vergrößerung nicht sichtbare Details können schnell (in der Größenordnung von Sekunden) weiter vergrößert werden und hier ist deutlich ein dreidimensionaler Eindruck eines Facettenauges zu erhalten. Beachtenswert erscheint im linken Bild die hohe Schärfe des Bildes, die mit lichtoptischen Methoden nicht oder nur mit sehr hohem Aufwand zu realisieren ist. Die Balken am unteren Rand der Bilder sind links 1 mm und rechts 0,012 mm (12 Mikrometer) lang. Dimensionen in der Größenordnung von etwa 1 Mikrometer lassen sich leicht darstellen.

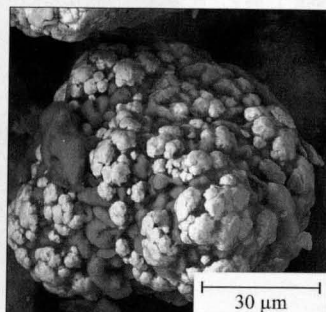


Trotz der geringen Wärmeleitfähigkeit des biologischen Materials lässt sich diese mit geeigneten Vakuumtechniken zerstörungsfrei beobachten (die Hornissenleiche befindet sich seit ca. 2004 immer noch unter Verschluss in der Nähe des Rasterelektronenmikroskops).

### ***Gleichzeitige Darstellung unterschiedlicher Kontraste***



NiAl-Pulver  
Topographiekontrast durch  
Sekundärelektronen-Abbildung



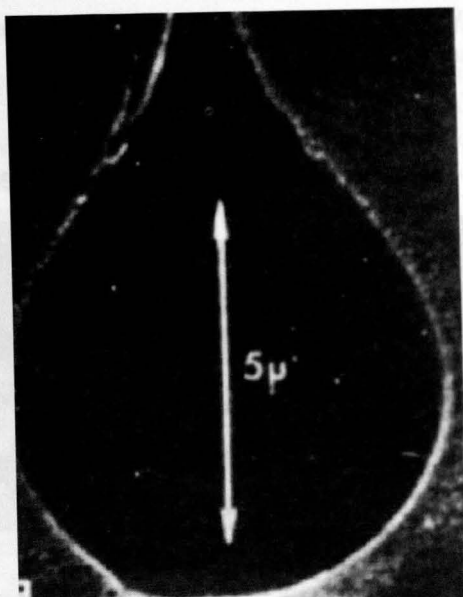
NiAl-Pulver  
Materialkontrast durch  
Rückstreuелеktronen-Abbildung

**Abb. 5:** REM: Abbildungskontraste.

Die unterschiedlichen Kontrastmöglichkeiten sollen hier anhand eines Nickel-Aluminium-Pulvers demonstriert werden: Auf der linken Seite dieses blumenkohlähnlichen Pulverkorns mit einem Durchmesser von etwa 70 Mikrometern (0,070 mm), also etwa von der Ausdehnung eines menschlichen Haares, ist die Klüftung der Oberfläche zu sehen. Auf der rechten Seite stellt das Bild, das der Rückstreuелеktronen-Analysator ermittelt hat, den Materialkontrast dar: Schwere Elemente (hier Nickel) werden heller als Leichte (hier: Aluminium) dargestellt.

So ist es denkbar, etwa Goldablagerungen auf einem Prägestempel, der aus einem Stahl gefertigt ist, zu erkennen. Erleichtert wird dies durch die relativ hohe Atommasse des Goldes: Je schwerer ein Element ist, umso einfacher lässt es sich abbilden. Für eine weitere Analyse der Goldpartikel, etwa um sich Klarheit über die Goldzusammensetzung zu verschaffen, kann man dann entsprechende Orte auf der Probe auswählen.

Moderne Rasterelektronenmikroskope sind nicht mehr auf kleine Proben – etwa der Dimension einer Streichholzschachtel – angewiesen, die unter Umständen aus großen Probestücken heraus getrennt werden müssen. So verfügt etwa das Institut für Werkstoffkunde der Leibniz-Universität Hannover über ein REM, in dem Proben bis zu einer Größe eines V8-Motors und einer maximalen Masse von etwa 300 kg untersucht werden können. Damit wird die Untersuchung von Prägestempeln ohne jede Zerstörung möglich.



**Abb. 6:** Rasterelektronenmikroskopie: EDX.

Das Prinzip der Energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) soll nur kurz erläutert werden. Die weiter oben schon angesprochenen Röntgenstrahlen, die aufgrund des Einwirkens von Elektronen auf einen Werkstoff aus diesem austreten, sind elementspezifisch: Jedes Element erzeugt Röntgenstrahlen einer anderen Energie, einer anderen „Farbe“. Die zugehörigen Energien sind katalogisiert und nicht abhängig von der umgebenden Matrix, da sie in Kernnähe des jeweiligen Röntgenquanten emittierenden Atomkerns entstehen. An diesen Orten spielt die chemische Umgebung – dieses soll hier als Vereinfachung ausreichen – keine Rolle. Das Ergebnis einer solchen Analyse ist auf der nächsten Abbildung dargestellt.

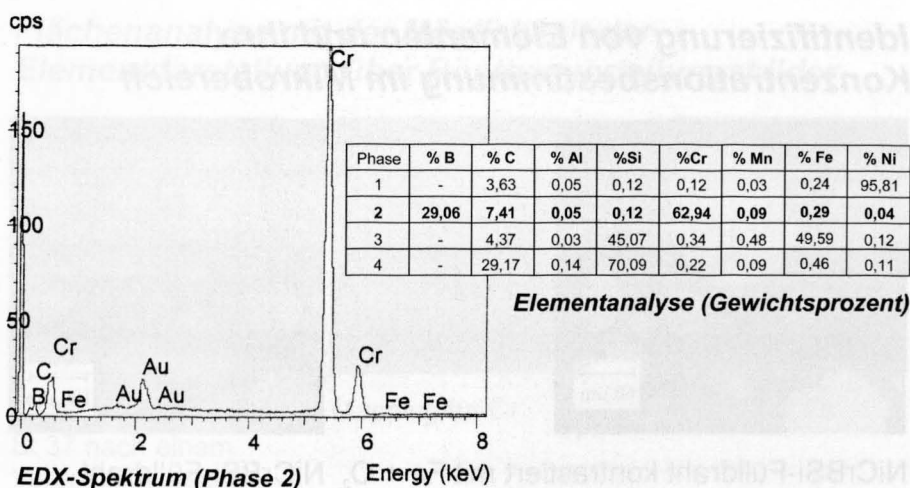
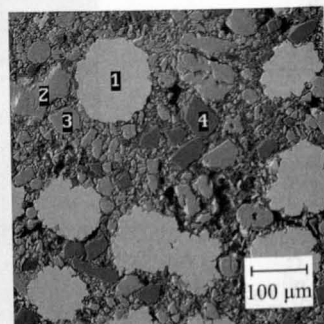
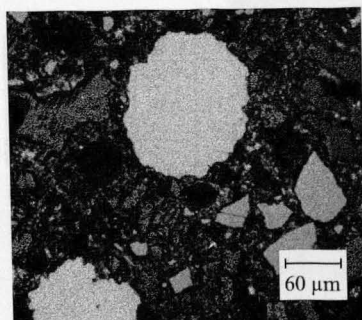


Abb. 7: Rasterelektronenmikroskopie: EDX.

Hier ist ein EDX-Spektrum abgebildet, wie es an dem vorhin schon einmal gezeigten Schweißdraht aufgenommen wurde. Die Menge der für ein Element gemessenen Röntgenstrahlen, genauer der Röntgenquanten, kann für eine halbquantitative Analyse herangezogen werden. Je nach Gerät sind alle chemischen Elemente ab einer Kernladungszahl 11 (das heißt Natrium) oder sogar ab dem Element Bor nachweisbar. Die von Wasserstoff, Helium und Lithium emittierten Röntgenstrahlen sind von so geringer Energiedichte, dass sie mit einfachen Methoden nicht nachweisbar sind. Die Aufnahme des vorliegenden Spektrums erfolgte an verschiedenen Stellen der Probe, die zuvor durch physikalisches Ätzen und den Materialkontrast identifiziert wurden.



## Identifizierung von Elementen und ihre Konzentrationsbestimmung im Mikrobereich



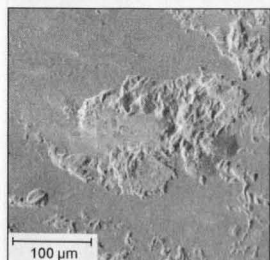
NiCrBSi-Fülldraht kontrastiert mit Fe + O<sub>2</sub>  
(Lichtmikroskopische Aufnahme)

NiCrBSi-Fülldraht  
(REM-Aufnahme mit Rückstreuelektronen)

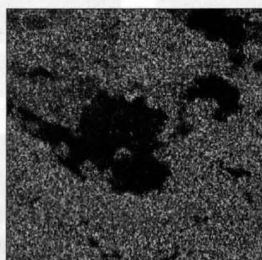
**Abb. 8:** Rasterelektronenmikroskopie: EDX.

Hier sind die auch örtlich sehr stark begrenzbaren Analysemöglichkeiten eines EDX-Systems verdeutlicht: Typischerweise haben die untersuchten Flecken einen Durchmesser in der Größenordnung von etwa 10 Mikrometern bis hinunter zu etwa einem Mikrometer. Größenbestimmend ist hier die Fokussierung des Primärelektronenstrahls durch das Elektronenmikroskop. Die Eindringtiefe der Elektronen in die Probe hängt vom Probenmaterial sowie der Energie der Elektronen ab und liegt in der Größenordnung von etwa ein bis fünf Mikrometer. Damit ist es leicht zu realisieren, die vorhin schon angesprochenen Goldpartikel auf einem Münzprägestempel zu analysieren. Ebenso könnten Schlacke-Einschlüsse in alten Stempeln (etwa solche, deren Grundwerkstoff aus Rennöfen stammen) helfen, die Herkunft des Eisens zu klären.

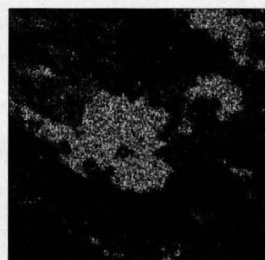
## Flächenanalyse mit der Möglichkeit der Elementdarstellung über Röntgenverteilungsbilder



$\text{Cr}_x\text{N}_{(\text{PVD})}$ -Schicht auf  
St 37 nach einem  
Verschleißversuch  
Sekundärelektronenbild



Mapping für Cr



Mapping für Fe

**Abb. 9:** EDX: Flächenscans.

Eine weitere Darstellung der Analyseergebnisse eines EDX-Detektors liegt in den so genannten Mappings, flächenhaft dargestellten Elementkonzentrationen: Links ist eine dünne Chromnitridschicht auf einem Stahlsubstrat exemplarisch im Topografiekontrast dargestellt. Aus den beiden rechten Bildern ist unschwer zu erkennen, dass die dünne Schicht einem Verschleiß unterworfen ist: Die Chromverteilung zeigt etwa in der Mitte ein „Loch“, an dem der Grundwerkstoff zutage tritt.

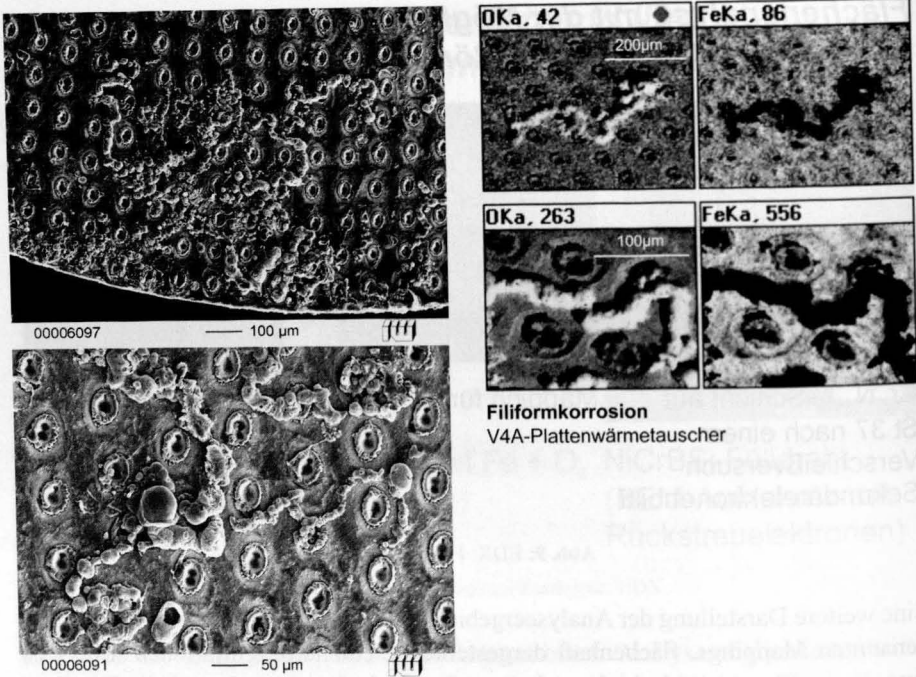
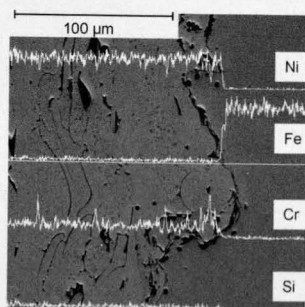


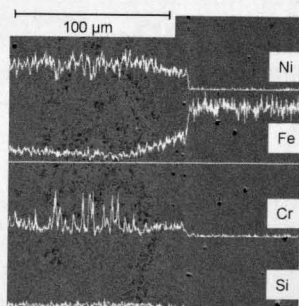
Abb. 10 a/b: EDX: Flächenscans.

Moderne Elektronenmikroskope sind in der Lage, Elementkonzentrationen qualitativ farbig kodiert auszugeben. Die beiden linken Bilder zeigen beispielhaft das Schadensbild einer so genannten Filiformkorrosion auf einem Edelstahl-Wärmetauscher. Dieses Bild habe ich gewählt, um zu demonstrieren, wie am REM etwa auch oxidische von rein metallischen Probenoberflächen unterschieden werden können. Die wurmartigen Korrosionserscheinungen dokumentieren sich in Spitzen der Sauerstoff- und Minima der Eisenkonzentration.

### **Linienanalysen zum Ermitteln von Konzentrationsprofilen**



thermisch gespritzt



mit Laserstrahl umgeschmolzen

Konzentrationsprofile von Si, Cr, Fe und Ni auf einer NiCrBSi-Schicht auf S 235

**Abb. 11:** EDX: Linescans.

Insbesondere für Querschnitte durch Materialproben – ich denke da etwa an einen Querschnitt durch einen Prägestempel – eignet sich ein solches Mapping. Man verzeiht mir sicherlich dieses Ansinnen, ein historisch einmaliges Objekt derart zerstörerisch untersuchen zu wollen. Eine solche Querschnittsanalyse ist zum Beispiel aber auch an Bruchflächen durchführbar (und ich hoffe, damit Erleichterung verschafft zu haben.) Es steht hier die Möglichkeit zur Verfügung, neben charakteristischen topografischen Gefügeverläufen auch einzelne Elementkonzentrationen entlang vorgegebener Linien zu untersuchen. Dargestellt ist in den beiden Bildern jeweils eine Nickel-Chrom-Bor-Silizium-Schicht, wie sie als Verschleißschutzschicht etwa auf Druckwalzen weit verbreitet Einsatz findet, an der Grenzfläche zum Grundwerkstoff. Gegenstand der Untersuchung war hier die Frage nach der gegenseitigen Durchmischung aufgrund von Diffusionsvorgängen zwischen Schicht und Substrat. Leicht lassen sich so, um auf die Numismatik zurückzukommen, auf Prägestempeln alte Oberflächen identifizieren, wie sie direkt nach der Stempelfertigung vorlagen.

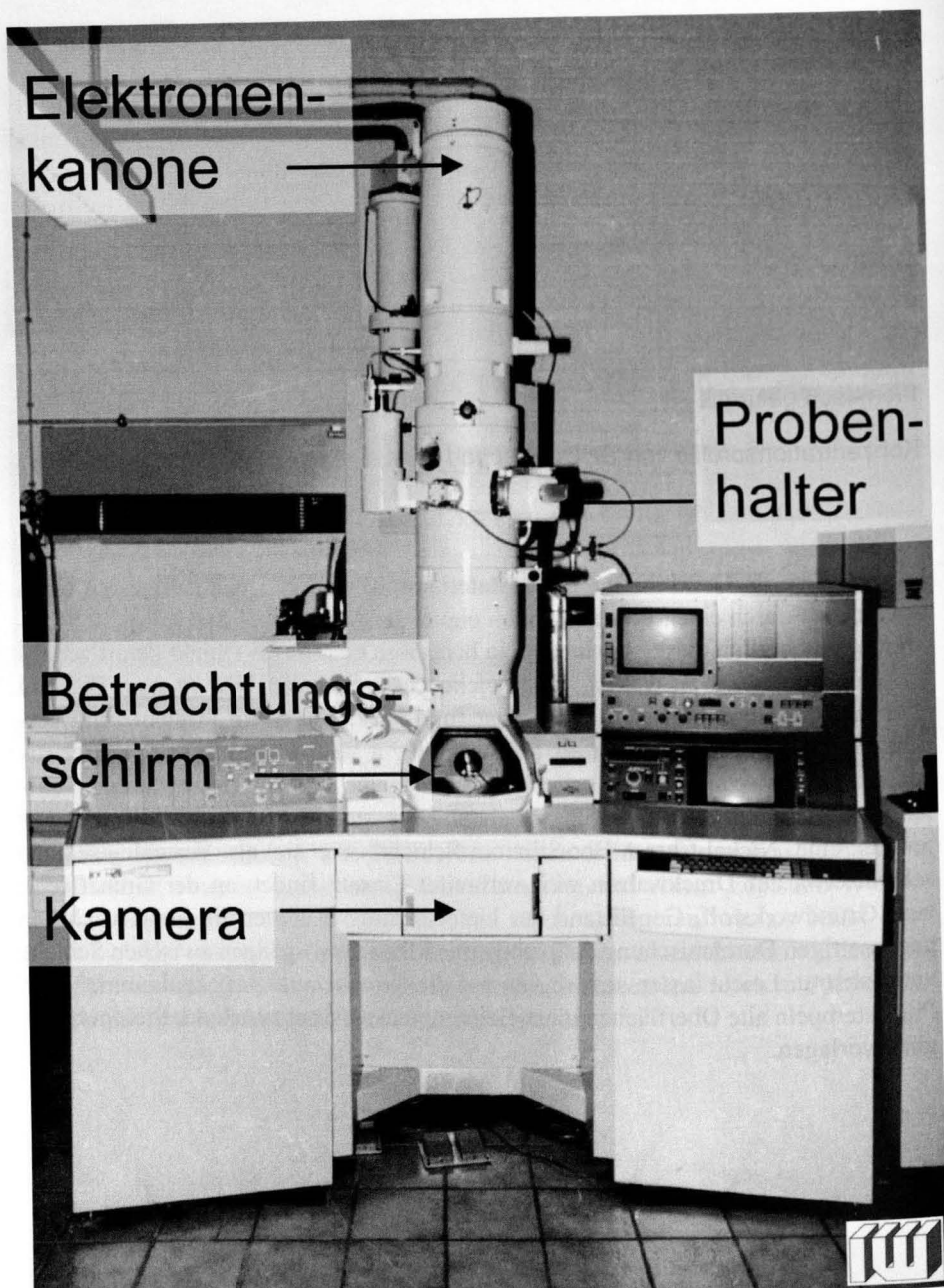
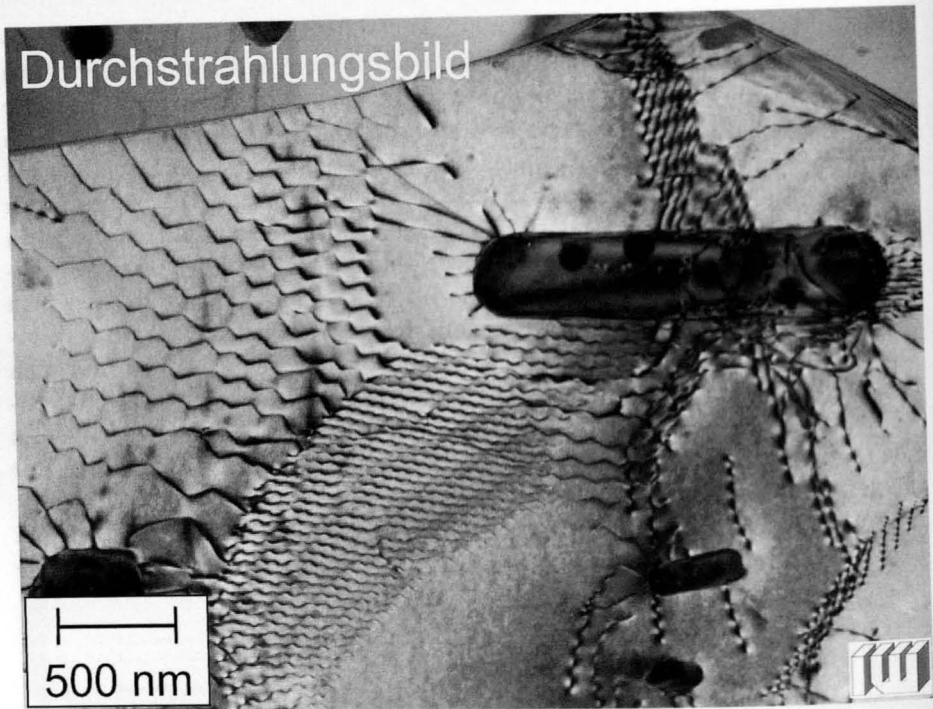


Abb. 12: Transmissionselektronenmikroskopie TEM.

Bei der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) handelt es sich um eine universelle mikroskopische Methode mit noch höherem Auflösungsvermögen (Punktauflösung  $< 0,3 \text{ nm}$ ) als die Raster-Elektronenmikroskopie. Für die direkte Durchstrahlung (Transmission) eines Werkstoffes mit Elektronen müssen je nach Ordnungszahl der Werkstoffbestandteile und Beschleunigungsspannung des TEM Folien aus dem Werkstoff mit einer Dicke von  $\approx 80 \text{ nm}$  (für Au, W) bis  $300 \text{ nm}$  (etwa für Al, Si) hergestellt werden. Die Endpräparation auf durchstrahlbare Dicken erfolgt durch elektrolytisches Polieren oder Ionenstrahlätzen. Diese sehr aufwändige Probenvorbereitung dauert etwa eine Woche und wird nur in seltenen Fällen eingesetzt. Allerdings stehen hier Informationen zur Verfügung, die bis in den atomaren Maßstab hinunter reichen und kaum mit anderen Methoden erzielt werden können. Typischerweise ist eine solche TEM-Probe ein Scheibchen mit dem Durchmesser der Ziffer Null auf einem 10-Cent-Stück und weist in der Mitte ein kleines Loch mit einem Durchmesser von etwa  $100 \text{ Nanometern}$  auf ( $= 0,0001 \text{ mm}$ ). Der dünne Randbereich dieses Loches steht für die Untersuchungen zur Verfügung: Dickere Bereiche würden sich aufgrund der im Vergleich mit einem REM sehr viel höheren Energien der Primärelektronen durch Verdampfung einer Untersuchung entziehen.





## Beugungsbilder:

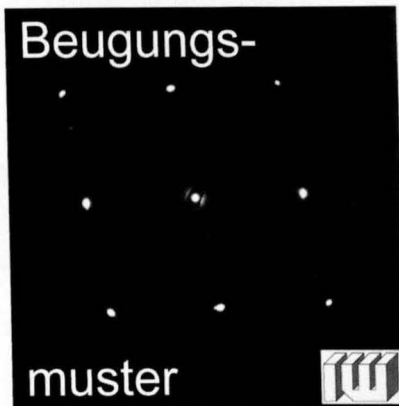


Abb. 13 a/b: Kristallstrukturanalyse mittels TEM.

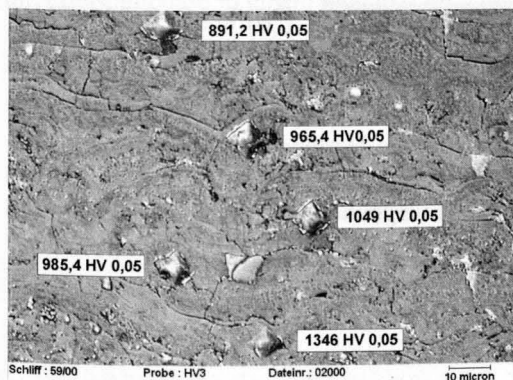
Mit dem TEM können Gefügestrukturen im nm-Bereich dargestellt werden. Neben dem Abbildungsmodus der direkten Durchstrahlung können mit dem TEM auch Elektronenbeugungsaufnahmen von gezielt ausgewählten Gebieten gemacht wer-

den. Das Beugungsbild entsteht durch die Beugung der Elektronen an dem Atomgitter des durchstrahlten Materials. Abhängig von der beugenden Gitterebene bilden sich für jede kristalline Substanz charakteristische Beugungsmuster ab (Fingerabdrücke). Damit liegt eine Erweiterung der Elementanalyse vor: Während Eisen und Schwefel in einem Stahl unter dem EDX etwa als Eisen und Schwefel identifiziert werden können, erlaubt es das TEM, genau zu sagen, ob es Eisensulfat oder auch Eisensulfid ist. Damit sind weitreichende Rückschlüsse auf die Lebensgeschichte des Probestückes möglich: Hat es sich in einer chemisch reduzierenden Umgebung (Eisensulfid) oder eher in einer oxidierenden Umgebung (Eisensulfat) aufgehalten?

Je vielkristalliner die Probe ist, also je feiner die Kristallite, aus denen sich der Werkstoff aufbaut, desto mehr überlagern sich diese Muster und es kommt zur Abbildung von so genannten Beugungsrings. Wenn überhaupt keine Ordnung mehr in den Beugungsbildern zu erkennen ist, dann ist das Material als amorph, glasartig zu bezeichnen, es hat keine regelmäßige Gitterstruktur mehr.

**Härte:** Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines Prüfkörpers

Eisenwerkstoffe: **Abhängig von thermischer und mechanischer Vorgeschichte**



**Mikrohärteprüfung:**

Prüfkraft: 0,01 - 2 N

**Ultramikrohärteprüfung:**

Prüfkraft: 0,05 - 20 mN

Beispiel: Mo-Schicht

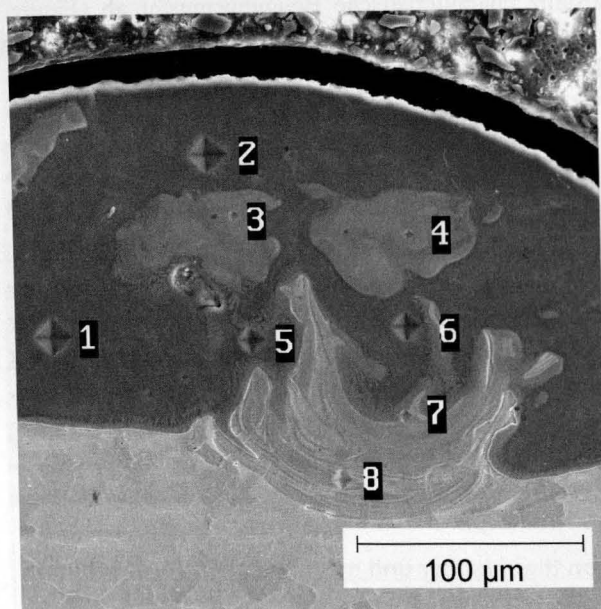
Mikrohärteprüfung:

Prüfkraft 0,01 - 2N

**Abb. 14:** Lichtmikroskopie: Mikrohärtemessung.

Nach den sehr feinen Untersuchungsmethoden der Elektronenmikroskopie folgt die Erläuterung eines im Vergleich dazu „barbarischen“ Verfahrens, die Härteprüfung. In der Werkstoffkunde findet die Anwendung der bekannten Ritzhärteprüfung nach Mohs keine Anwendung, da diese Skala eine viel zu Grobe ist. Bei einer Härteprüfung wird ein harter Eindringkörper unter einer vorgegebenen Last eine definierte Zeit auf eine idealerweise sehr glatte Oberfläche aufgebracht. Der anschließend verbleibende Eindruck ist mit der Fläche als Messwert Grundlage des zugehörigen

Härtewertes. Je größer so ein bleibender Eindruck, umso weicher ist das untersuchte Material.

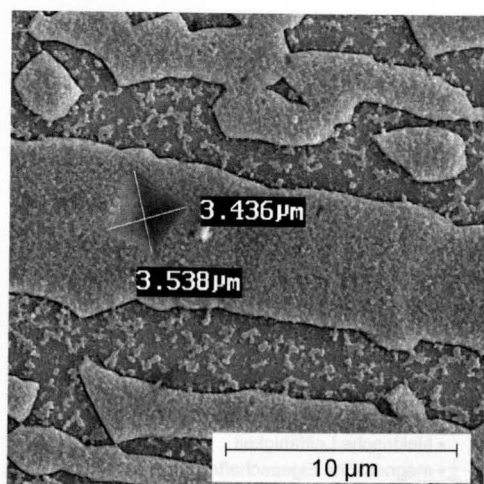


Mikrohärtetestung in  
Al-Schicht auf Stahl  
(REM-Aufnahme)

Prüfkraft 0,01 - 2N

Abb. 15: REM: Mikrohärtetestung.

Auch einige Elektronenmikroskope erlauben die Härteprüfung, wie hier an einer Aluminium-Beschichtung auf einem Stahl demonstriert. Augenfällig ist die geringe Härte des Aluminiums (Positionen 1 und 2) verglichen mit der des Stahls (Positionen 7 und 8).



Ultramikrohärteprüfung  
(Austenitphase eines Duplexgefüges)  
(X 2 Cr Ni Mo N 22 5 3)  
Ultramikrohärteprüfung:  
Prüfkraft 0,05 - 20 mN

**Abb. 16:** Rasterelektronenmikroskopie: Ultramikrohärtemessung.

In ganz kleinen Bereichen kann die Ultramikrohärteprüfung herangezogen werden: Hier können sogar einzelne Kristallite eines Werkstoffes untersucht werden, wie hier die Edelstahlphase in einem Duplexstahl. Die erhaltenen Eindrücke unter typischen Lasten von 0,01 bis 0,1 g sind mit dem bloßen Auge nicht mehr zu erkennen und wir haben eine quasi zerstörungsfreie Werkstoffprüfmethode zur Verfügung.

Ein Prägestempel, um auf das oft strapazierte Beispiel zurückzukommen, erfährt in seiner Einsatzdauer eine fortwährende Aufhärtung auf der Seite, die dem Münzrohling zugewandt ist. Je nach Anzahl der geprägten Münzen kann ein unterschiedlicher Härteverlauf von der Oberfläche des Prägestempels in die Tiefe des Werkstoffes erwartet werden.



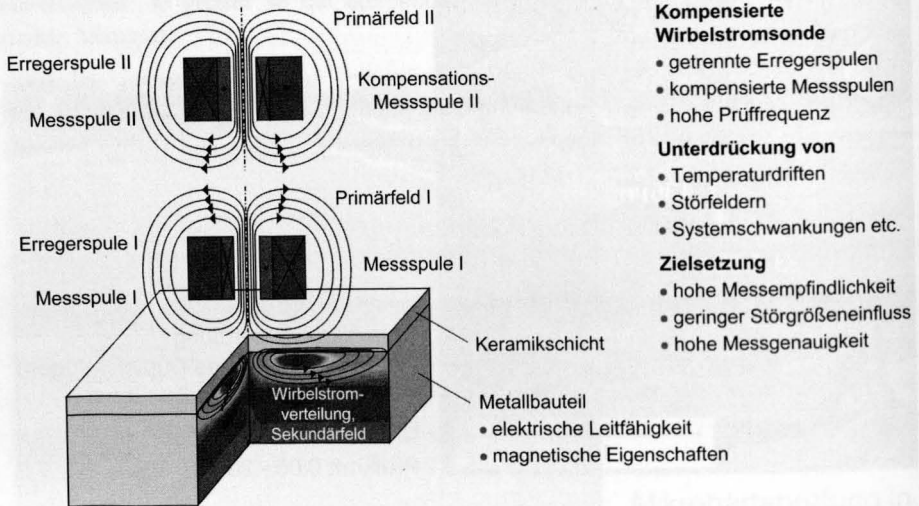
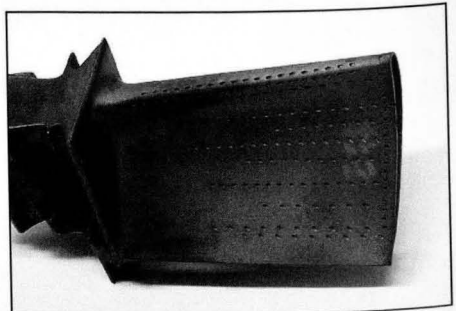
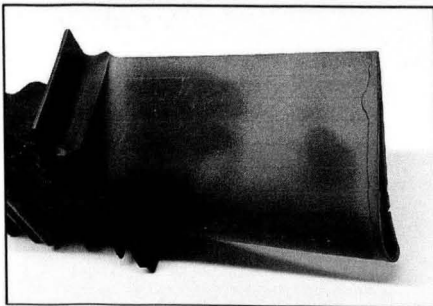


Abb. 17: Elektromagnetische Schichtbestimmung.

Kurz eingehen möchte ich noch auf die Methode der „klassischen“ zerstörungsfreien Prüfung: Der Dickenbestimmung mittels elektromagnetischer und Ultraschallverfahren. Dargestellt ist hier das Prinzipbild einer Wirbelstromprüfung: Eine Erregerspule erzeugt ein Wirbelstromfeld in einem metallischen Werkstoff, das wiederum mit der Messspule analysiert werden kann. Für spezielle Fälle kann es erforderlich sein – etwa zur Erreichung einer höheren Auflösung oder auch zur Detektion von Einschlüssen in großen Werkstücktiefen bis etwa 80 mm – eine so genannte Kompensationsmessspule einzusetzen. Näher möchte ich jetzt nicht auf Details eingehen, sondern lediglich Möglichkeiten darstellen.



Flächenscan Saugseite, PCM WY1 86 (Einsatz)  
1x30min, 1x10min entschichtet; 3x sandgestrahlt

Abb. 18: Schichtvermessung: Geometrisch anspruchsvoll.



Die Wirbelstrommethode wurde am Institut für Werkstoffkunde der Leibniz-Universität Hannover erfolgreich eingesetzt, um auch an geometrisch anspruchsvollen Bauteilen, wie etwa diesen Turbinenschaufeln aus einem Flugzeugtriebwerk, Schichtdickenbestimmungen vorzunehmen. Die Fragestellung ging dahin zu klären, wie weit die aufgetragene keramische Wärmedämmschicht auf den Turbinenschaufeln durch den Einsatz bereits „abgebrannt“ war.

### Wirbelstromverfahren

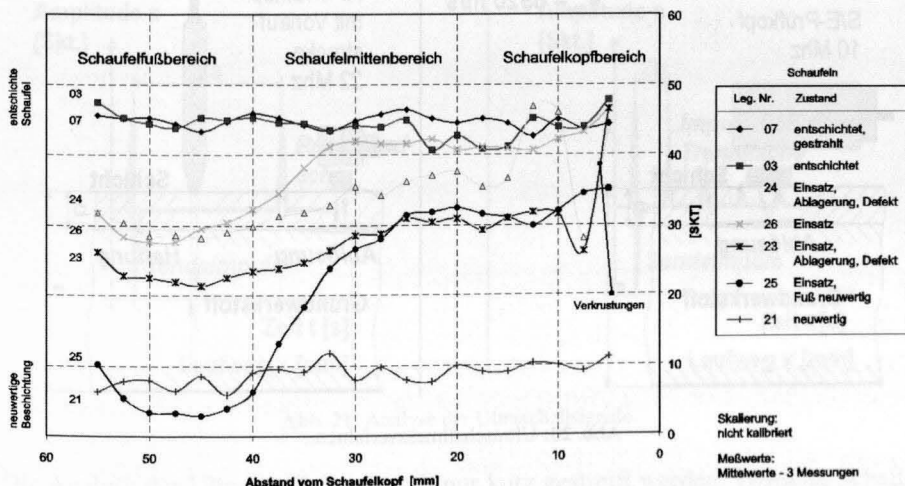


Abb. 19: Schichtvermessung an Turbinenschaufeln.

Es wurden verschiedene Pfade entlang ausgewählter Konturen auf der Oberfläche der Turbinenschaufeln ausgewählt. Die erzielten Ergebnisse unterschiedlicher Schaufeln sind auf der folgenden Abbildung zu sehen: Je höher das Signal, umso dünner die verbliebene Schicht. Diese Methode könnte etwa Einsatz finden bei der zerstörungsfreien Ermittlung der Schichtdicke der schwarzen Oxidschicht auf Prägestempeln. Damit liegt ein Parameter für eine Alterbestimmung oder auch eine Einsatzlebensdauerbestimmung dieser Werkzeuge vor.



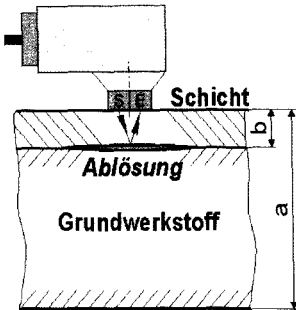
## Sender/Empfänger-Anordnung

**Handmessgerät:**

- **Wanddickenmessung**
- **Schichtdickenmessung**

**Schallgeschwindigkeit:**  $V_{Ni} = 5630 \text{ m/s}$   
 $V_{St} = 5920 \text{ m/s}$

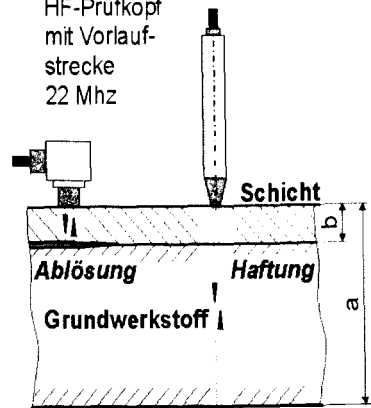
S/E-Prüfkopf  
10 Mhz



## Impuls-Echo-Verfahren

HF-Stabprüfkopf  
mit balliger  
Vorlaufstrecke  
25 Mhz

HF-Prüfkopf  
mit Vorlauf-  
strecke  
22 Mhz



**Abb. 20:** Ultraschallmessverfahren.

Klassischerweise werden Ultraschallverfahren zur Ermittlung von Störungen, Fehlern, Einschlüssen usw. etwa in Schweißnähten eingesetzt. Grundsätzlich sind zwei Anordnungen denkbar: ein Sende-Empfänger-Prüfkopf oder aber getrennte Sende- und Empfängereinheiten. Vereinfacht kann man sich die Sender als Lautsprecher und die Empfänger als Mikrofone vorstellen. Je nachdem, wie lange ein Signal benötigt, um durch ein Werkstück hindurch und wieder zurückzugelangen, kann bestimmt werden, ob und wo Fehler vorliegen oder auch, wie dick das betreffende Bauteil ist.

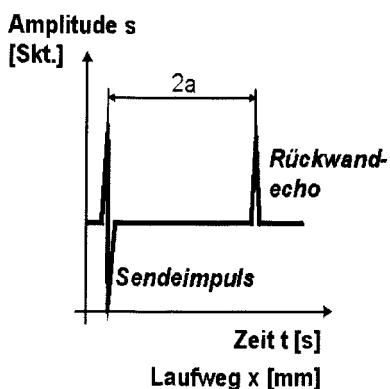
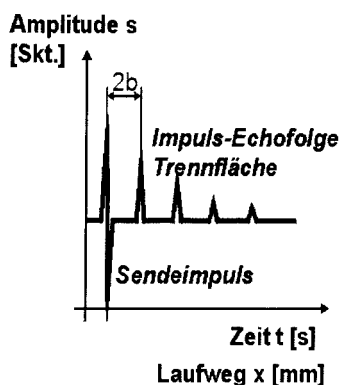
**Gesamtdickenmessung***Schicht ohne Ablösung* $2a \hat{=} \text{Gesamtdicke}$ Schallgeschwindigkeit:  $V_{\text{Ni}} = 5630 \text{ m/s}$  $V_{\text{St}} = 5920 \text{ m/s}$ **Haftung - Schichtablösung***Schicht mit Ablösung* $2b \hat{=} \text{Schichtdicke}$ 

Abb. 21: Analyse der Ultraschallsignale.

Die Analyse der Ultraschallsignale soll nur kurz gestreift werden. Typische Schallgeschwindigkeiten in Metallen liegen bei etwa dem 15–25fachen der Schallgeschwindigkeit in Luft. Dadurch werden Messfrequenzen im Megahertz-Bereich notwendig, damit Signalüberschneidungen weitestgehend ausgeschlossen werden können. Die Ultraschalltechnik ist seit vielen Jahren ein ausgereiftes Werkzeug, mit dem nicht nur kleine Proben, sondern leicht auch große Flächen untersucht werden können.

## ortsabhängige Schichtdicke Oberseite Platte 2

kalibrierte Amplitude, WS-Prüfung

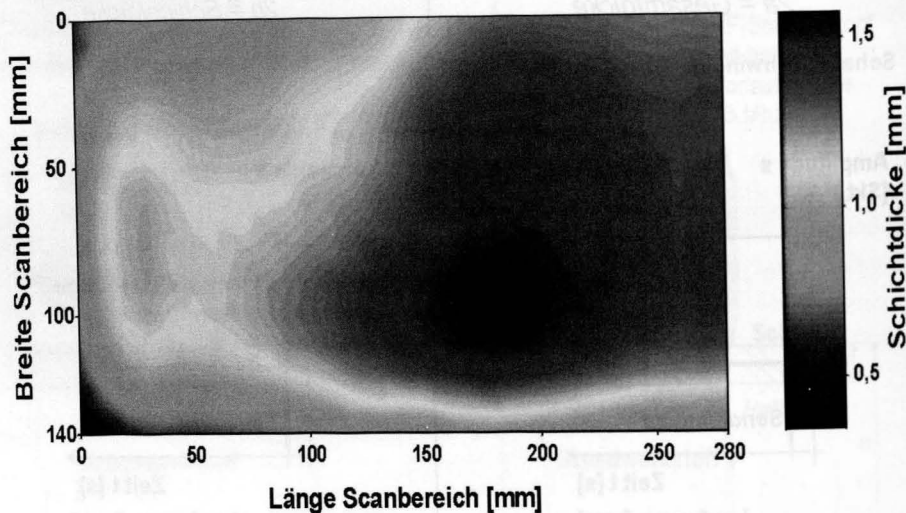


Abb. 22: Analyse der Ultraschallsignale: Flächenscan.

Beispielhaft für eine größere Fläche (etwa  $\frac{2}{3}$  DIN A 4) sei hier die Schichtdickenverteilung dargestellt. Ich hoffe, dass die „Höhenlinien“ der Schichtdicke insbesondere im Bereich des „Berggipfels“ unten rechts erkannt werden können.

Zum Abschluss dieses Beitrags soll anhand eines Beispiels die Leistungsfähigkeit der vorgenannten Analysemethoden dargestellt werden. Es soll demonstriert werden, was anhand auch stark zerstörten Probematerials machbar ist. Am 28. September 1994 sank die Fähre Estonia auf dem Weg von Estland nach Schweden. Das Bugvisier (m = 55 t) wurde infolge Rumpfüberflutung abgerissen. Das Unglück kostete 852 Menschen ihr Leben. Zu klären blieb die Frage, ob auf das Schiff ein Sprengstoffanschlag verübt wurde.

Im Zuge der Untersuchungen zum Untergang der Estonia im September 1994 wurden im August 2000 vom Rand eines Loches im Steuerbord-Frontschott des Wracks Proben entnommen: zwei etwa handtellergröße Blechabschnitte, die Prüfstücke *Hollandprofil* und *Frontschott*. Da Vermutungen geäußert wurden, dass eine Sprengstoffdetonation ein Loch in das Frontschott gerissen haben könnte, wurde die Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM) in Berlin als Gutachter mit folgender Fragestellung beauftragt: *Sind an den Prüfstücken Hinweise auf eine Sprengstoffdetonation zu finden?* Als Ursache für die Entstehung des Lochs im Frontschott kommt nicht nur die vermutete Sprengstoffdetonation, sondern ebenso ein Durchstoßen des steuerbordseitigen Hydraulikzylinders, der zur Betätigung des Bugvisiers diente, in Betracht.

Das Ziel dieser Vergleichsversuche bestand in der Erzeugung von charakteristischen Brüchen und Verformungen sowie von Vergleichsgefügen, die mit den Prüfstückgefügen der Estonia hinsichtlich charakteristischer Gefügemerkmale verglichen wurden.

Im Rahmen der Untersuchungen am Vergleichswerkstoff Schiffbaustahl wurden insgesamt 39 Spreng- und Beschussversuche mit einer Vielzahl von Parametern durchgeführt. Variiert wurden Art und Menge des Sprengstoffs, Abstand zum Vergleichsblech bzw. Vergleichsbauteil, Werkstoff der Vergleichsbleche, Anordnung der Sprengstoffe und des beschossenen Blechs.

Aufgrund der Eindrücke auf den Oberflächen wurde nachgewiesen, dass die Vergleichsproben und Prüfstücke sandgestrahlt wurden. Die Verteilung der Verformungszwillinge ist in den gestrahlten Vergleichsblechen und im Prüfstück *Frontschott* identisch: Verformungszwillinge treten typischerweise in Nestern bis zu etwa 0,4 mm unterhalb beider Blechoberflächen auf. Somit sind die in dem Prüfstücke *Frontschott* gefundenen Verformungszwillinge durch eine Strahlbehandlung der Bleche beim Bau des Schiffes in den Jahren 1979/1980 entstanden.

Die in dem Prüfstück *Frontschott* gefundene Verteilung von Verformungszwillingen weicht von der bei Sprengversuchen gefundenen Verteilung erheblich ab. Alle untersuchten Gefügemerkmale weisen auf Verformung der Prüfstücke durch mechanische Beanspruchungen hin.

Eine Detonation als Ursache für das Auftreten von Verformungszwillingen im Prüfstück *Frontschott* scheidet somit eindeutig aus, Hinweise auf eine Sprengstoffdetonation sind in den Prüfstücken der Estonia nicht zu finden. Da die o. g. charakteristische Zwillingsverteilung nur in der näheren Umgebung der Sprengstoffdetonation auftritt, können aus den Untersuchungen an diesen kleinen Prüfstücken Aussagen über mögliche Explosionen an anderer Stelle des Frontschotts nicht abgeleitet werden. Die beschriebenen Untersuchungsergebnisse zeigen insbesondere die Notwendigkeit von Vergleichsversuchen für die sichere Interpretationen von Gefügebefunden bei der Schadensanalyse auf. Die durch Kugelstrahlen der Schiffbaubleche entstandenen oberflächennahen Verformungszwillinge wurden in Voruntersuchungen anderer Institute als explosionsbedingt interpretiert. Der daraus abgeleitete Schluss auf eine Sprengstoffdetonation am Frontschott der Estonia ist in Anbetracht dieser Untersuchungsergebnisse unzulässig.

Die Untersuchungen wurden weitgehend im Auftrag des Magazins *Der Spiegel* sowie des TV-Magazins *Spiegel TV* durchgeführt. Ich danke für die Erlaubnis, alle in der BAM ermittelten Untersuchungsergebnisse publizieren zu dürfen. Die aufgezeigten Methoden und Möglichkeiten der Werkstoffkunde sind ebenso für einen Einsatz an historischen Proben, wie etwa Münzstempeln, anwendbar.